

Dohánykivonatok ammóniatartalmának meghatározása mikrodiffúziós technikával

TOLNAY PÁL

Dohánykutató Intézet, Budapest

A dohánylevél ammóniatartalma a minőséget leginkább befolyásoló tényezők egyike. Az ammóniatartalom a szivarkadohányok minőségét rontja, egyrészt azért, hogy a füstöt csípőssé teszi, másrészt úgy, hogy annak kémhatását lúgos irányba eltolva, élvezeti értékét csökkenti. Az ammóniának ilyen szerepe miatt a dohányminták elemzésében mindig sor kerül ammóniameghatározásra.

Az ammóniameghatározásnak eddig használt módszerei eléggé időtráblók. Az ammóniát ui. vízgőzdesztillációval kell elválasztani a dohány többi vegyületétől; vízgőzzel azonban a nikotin is illó. Ezért az irodalomban említett különféle eljárásoknál [3, 6] vákuumdesztillációt alkalmaznak. Hazai gyakorlatunkban [5] az ammóniát úgy határozzák meg, hogy a nitrogéntartalmú vegyületek elválasztására a porított dohánymintából nyert forró 0,5%-os ecetsavas kivonatot a Sachse-féle, összezsírozott elemekből álló készülékben, 40—60 Hg-mm nyomáson, 40—50 C°-os vízfürdőn, 30—40 percig vákuumdesztillációnak vetik alá kellő lúgosítás után, és a desztillátumban acidimetriás mérést végeznek. Az említett körülmények között az ammónia átdestillál, a nikotin pedig csak nyomokban. Számolhatunk a karbonsavamidok ammónia-keletkezéssel járó csekély bomlásával is. A módszer leginkább időigényes, felügyeletet megkívánó része a vákuumdesztilláció, amellyel nagyobb mérősorozatok elvégzése tekintélyes munkaidőráfordítással jár. A készülék törekeny és drága.

A vákuumdesztilláció helyettesítésére, az ammóniadesztilláció „automatizálására” rendkívül alkalmasnak látszott a Conway [1, 7] által kidolgozott mikrodiffúziós technika; remélhető volt az is, hogy a nikotin zavaró hatása kiküszöbölhető.

Az eljárás alapja az, hogy zárt légtérben egyik ponton szabad ammóniatartalmú oldatot, egy másik ponton pedig ammóniát abszorbeáló oldatot, pl. valamilyen savat helyezve el, a tenziókülönbség miatt izoterm, atmoszférikus nyomáson történő desztilláció indul meg: az ammóniatartalmú oldatból az ammóniamennyiség kvantitatíve átdiffundál az abszorbensbe. A Conway-féle edényszerben az izoterm desztilláció, ill. mikrodiffúzió, azaz mikroméretben lezajló gázdiffúzió aránylag gyorsan, $\frac{1}{2}$ —2 óra alatt végbemegy. A termikus desztillációval szemben a folyamat automatikusan, felügyelet nélkül lezajlik, ami időmegtakarítással együtt nagy sorozatok beállítását teszi lehetővé.

A Conway-féle edényszer (1. ábra) vastagfalú Petri-csésze, belül koncentrikusan elhelyezkedő üvegfalal. Az edény üveglappal és vazelin-parafinréteggel történő kenéssel légmentesen zárható. A folyadékmennyiség mind a külső, mind a belső részben vékony rétegben helyezkedik el, így a kívül elhelyezett, vizsgált oldatból felszabadított ammónia aránylag könnyen átjut a belül elhelyezett elnyelőfolyadékba. Előírt időtartamú állás után az edényt felnyitva, a felesleges savmennyiséget ismert töménységű lúggal visszatitráljuk.

A vizsgálathoz szükséges vegyszerek

n/1000 HCl-oldat, indikátorral	parafin
n/500 HCl-oldat, indikátorral	nátriumoxalát p. a.
n/500 Ba(OH) ₂ -mérőoldat	0,5%-os ecetsavoldat
telített K ₂ CO ₃ -oldat	1%-os bórsavoldat, indikátorral
	kb. n/200 kénsavoldat.

n/1000 HCl-oldat.

Célszerű legalább 1—2 literes mennyiségben készíteni. A Tashiro-indikátort tartalmazó sav készítését lásd [1]. A faktorbeállításhoz [4] kb. 0,34—0,35 g Sörensen-féle p. a. nátriumoxalátot pontosan bemérünk tiszta platinatégelybe, és Sörensen szerint izzítással átalakítjuk nátriumkarbonáttá. Ezután a tégelyt és fedőt kívül szűrőpapírral megtörölve 200—250 ml-es kiöntős pohárba helyezük, és 100—150 ml kétszer desztillált vízzel a nátriumkarbonátot teljesen kioldjuk, majd az oldatot 250 ml-es kalibrált mérőlombkba átvive, jelig töltjük kétszer desztillált vízzel. Az így nyert, ismert töménységű Na₂CO₃-oldattal állítjuk be a n/1000 HCl-oldat faktorát. A beállítandó n/1000 HCl-ből kalibrált buretta segítségével bemérünk névleges 25 ml-t (ill. a megfelelő korrigált térfogatot) 100 ml-es titrálólombkba. Ezután közelítőleg átcsapási pontig titrálunk kalibrált, parafinozott végű mikrobürettából a Na₂CO₃-oldattal (málnaszínű szín). A közelítőleg megtitrált oldatot felforraltva CO₂-mentesítjük, majd gyorsan lehűtjük. Ezután cseppenként, végül törtcseppenként (platinakacs-átvitellel) titrálunk, amíg az oldat zöldesbe csap át. Legalább három ilyen titrálást végzünk, s a szélső értékek nem térhetnek el egymástól 0,01 ml-nél nagyobb mértékben. A n/1000 HCl-oldatot belül parafinozott edényben tároljuk.

n/500 HCl-oldat.

Ezt is célszerű nagyobb mennyiségben készíteni. Az elkészítés és tárolás minden téren azonos az n/1000 HCl-oldattal, csupán a semlegesítés után [1] nem 10, hanem 20 ml n/10 HCl-ből készítjük az oldatot. A faktorbeállítás minden téren analóg az előbb tárgyaltakkal, csak az n/500 HCl-oldatból 25 ml helyett 15 ml névleges mennyiséget mérünk ki a burettából.

n/500 Ba(OH)₂-mérőoldat.

Az oldatot minden 2—4. napon frissen készítjük n/10 Ba(OH)₂-oldatból hígítással [2], mivel faktora idővel erősen csökken. 6,4—6,6 ml n/10 Ba(OH)₂-oldatot kimérünk bürettából és kiforralt, kétszer desztillált vízzel 300 ml-re hígítjuk. Az oldat belül parafinozott üvegben tárol. Az oldat faktorát minden használati napon be kell állítani, alkalmazás szerint n/1000 vagy n/500 HCl-oldattal (ill. mindkettővel). Ehhez kalibrált mikropipettával kimérünk névleges 1,5 ml n/1000 vagy n/500 HCl-mennyiséget a betétedényként használt száraz porcelántálacskába, és kalibrált mikrobürettából lassan megtitráljuk, a végén törtcseppenként engedve hozzá a mérőoldatot, platinakaccsal átvive a törtcseppet (kb. 0,005 ml) és ugyanazzal keverve is. A mikrobüretta tartányedényére nátronmeszes csövecskét helyezünk, alsó végét pedig beparafnozzuk tetszőleges nagyságú törtcseppek levételére. A titrálás végpontja az, amikor az oldatnak már rózsaszínes árnyalata sincs, hanem egész halványan zöldesszínű. Legalább három titrálást végzünk; a szélső értékek nem térhetnek el egymástól 0,015—0,020 ml-nél nagyobb mértékben.

Telített K₂CO₃-oldat.

A lúgosításra és a felszabaduló ammónia tenziójának növelésére használt K₂CO₃-oldatot lehetőség szerint NH₃-mentesíteni kell [1].

Parafin.

Mindig frissen használandó; összegyűjtött, regenerált hulladékok nem alkalmasak.

0,5%-os ecetsavoldat.

Használata a vakpróbák beállításánál szükséges. Készítését lásd [5].

Kétszer desztillált víz.

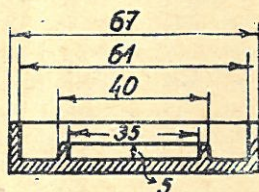
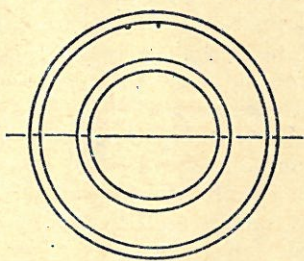
Valamennyi oldat készítéséhez, minden mosáshoz kétszer desztillált vizet kell használnunk, desztillált vizet kb. 1 ml p. a. kénsavból, pár csepp savasságot jelző indikátor jelenlétében redesztillálva. A felfogott víz kémhatását időnként ellenőrizni kell 1%-os indikátoros bórsavoldattal [1]. A pH = 5 körüli átcsapási ponton levő oldat színét a víznek meg kell zöldítenie.

Kb. n/200 kénsavoldat.

A mikrodifúziós edényzet mosásához szükséges. Indikátorral festjük.

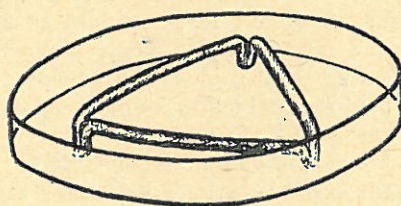
Mikrodifúziós edényzet [9]

Saját vizsgálatainknál eredeti edényzet nem állt rendelkezésre. Olyan edényzet kellett, ahol biztosított a jól nedvesedő, sík, desztillációs és abszorpciós felület, légmentesen zárható és a titrálás is kényelmesen keresztülvihető. Ezért kb. 7 cm átmérőjű, vastagfalú Petri-csészéket használtunk, belső rész helyett fehér mázas porcelán hamvasztótálacsát beállítva. Ez kémiai ellenálló, és a titrálási végpont megfigyelésére kiválóan alkalmas. Jeney Klára és Sántha Elemérné kartársak javaslatára a tálacsát üvegháromlábra helyeztük, és a Petri-csésze szélét beparafinozva, meleg üveglappal zártunk (2. ábra). Az edények kezelése igen lényeges, és az alábbiak szerint történik.



1. ábra

Az eredeti Conway-edényzet



2. ábra

Módosított edényzetünk

A használt Petri-csészéket⁹ kiöblítjük csapvízzel, a parafinperemet teljesen eltávolítjuk. Ekkor indikátorral megfestett, kb. n/200 kénsavoldatban hagyjuk azokat állni; az indikátornak nem szabad átesapnia. 15 pernyi állás után csapvízzel, majd kétszer desztillált vízzel öblítünk. Az edényeket szűrőpapírra helyezve megszáritjuk, a száraz edények peremét beparafinozzuk (a réteg ne legyen áttetsző).

A Petri-csészékbe a 2. ábrán látható módon üvegállványok kerülnek. A háromszögalakú üvegállványokat üvegbotból, szükség esetén vékony üvegszögből készítjük. A Petri-csészébe juttatott 3 ml oldat ne érje el az állvány „tartóit”, és a csésze a betétedénnyel együtt is könnyen zárható legyen. A betétedényt az üvegháromszög tartsa vízszintes helyzetben.

Az üvegháromszögre kerülnek a betétedények, az abszorbens-savval. E célra megfelelnek a kb. 50×30 mm alapterületű, kb. 7 mm magas mázas fehér porcelántálacsák (ún. hamvasztótálak); esetleg kerek mázas porcelán-tégelyfedők, vagy kis óraüvegek is.

Az üvegfedők kb. 8×8 cm nagyságú ablaküveglemezek. Az üvegháromszögek, betétedények és fedők tisztítása, szárítása ugyanúgy történik, mint a Petri-csészéké. Elemzés előtt a teljes edényzet száraz, s a Petri-csészék pereme parafinnal van bevonva.

A meghatározás kivitele

Az ecetsavas dohánykivonat készítése a szokásos módon történik [5]. A vizsgálatok ezzel a kivonattal történnek (kb. 0,5–1,0 g dohányból készítve és 200–250 ml-re töltve). A diffúziót egyenként indítjuk el az edényekben, s megfelelő időeltolásokkal történik a titrálás is. Először a tiszta, előkészített és összeállított egység betétedényébe bemérjük az abszorbens-sav mennyiségét, beosztott, de nem kalibrált mikro-

pipettával. A leengedett mennyiség pontos értéke nem lényeges, csak az, hogy a főkísérletekben és a vakpróbákban mindig azonos savtérfigot szerepeljen. Ez általában 1,5 ml; ennyi ui. fedi a porcelántálacsák felületét. n/1000 HCl használatos kisebb NH_3 -mennyiségek esetén, kb. 20 μg diffundáló NH_3 -mennyiségig; ez megfelel 0,5 g/200 ml arányban készített ecetsavas kivonat és 2 ml-es kivét esetében kb. 0,40% NH_3 -tartalomnak. Ezen felül n/500 HCl-at mérünk be. 1,5 ml n/500 HCl elegendő a fenti körülmények között kb. 0,80% NH_3 -határig; ezen túl 1,7 ml savbemérésre van szükség. Ennél nagyobb térfogatok a porcelántálacsákban nem jól kezelhetők; nagyobb NH_3 -tartalom esetén hígabb kivonattal vagy kisebb kivéttel dolgozunk.

Ezután 2 ml-es, kalibrált mikropipettával bemérjük a vizsgálandó oldat névleges 2 ml-ét. Az edényt ferde állásba hozzuk, pl. üveglappal alátámasztva. Balkézben tartva az előmelegített üvegfedőlemez, jobbkézével pipettából gyorsan leengedünk 1 ml telített K_2CO_3 -oldatot az edény felső részébe, az oldattal átellenben (nem kell olyan pontossággal mérni, mint az oldatot). Már a leengedés alatt a fedőlemez a pipettához támaszkodik, és majdnem teljesen elzárja az edényt. A K_2CO_3 -oldat leengedése után azonnal rányomjuk a meleg fedőt a parafinperemre, s teljes körben ellenőrizzük a parafin megolvadását és légmentes zárását. A hűtés gyorsítható, ha hidegvizes lombikot helyezünk az üvegfedőre. A desztillációs térfogat minden esetben 3 ml. Az edény lezárását vesszük a diffúzió kezdetének, és időpontját feljegyezzük.

A diffúzió az adott méretek és desztilláló térfogat esetén 6 óráig tart. Ezalatt az edényekre nincs gondunk. Az edényeket vízszintesen helyezzük el, a vizsgálati folyadék egyenletesen lepje be az üvegfelületet, az abszorbens-sav pedig a betétedény felületét, csepp-elkülönülés nélkül. A diffúzió *szoba/ömréskeleten* történik (20–25 °C°).

A főkísérletekkel együtt vakpróbákat is kell indítani, a felhasznált vegyszerek esetleges NH_3 -tartalmának számbavételére. Egy méréssorozatnál legalább három vakpróba szükséges. Ezeknek az indítása minden vonatkozásban azonos a főkísérletekével, csak a vizsgálati oldattérfigot helyett ugyanazzal a mikropipettával névleges 2 ml 0,5%-os ecetsavat adagolunk be. A vakpróbák indítása a főkísérletekét követi.

A diffúziós idő eltelte után az indítás sorrendjében következik a felesleges savmennyiség visszattírlása. Az edényeket felnyitjuk, a betétedényt kiemeljük, és ugyanúgy titráljuk, mint a n/500 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -oldat faktorának megállapításánál. A vakpróbák ammóniatartalma általában csak néhány század ml n/500 oldattal egyenértékű. A főkísérletek és vakpróbák többszörösen végzett titrálási mérőoldatfogyasztásai között a szélső különbség általában nem nagyobb 0,015–0,030 ml-nél, legrosszabb esetben 0,050 ml. A meghatározásokat, elsősorban az indítást, a titrlást és a napi $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -faktorbeállítást gázlángmentes helyen kell végezni, és az említett szakaszokban kerülni kell a dohányzást.

Számítás, adatközlés

Az átdiffundált ammóniamennyiség μg -ban a következő képlettel számítható:

$$q = (v^\circ_k - v_k) \cdot f \cdot 34$$

ahol $q = \text{NH}_3 \mu\text{g}$; v°_k = a vakpróbák titrlásakor fogyasztott, korrigált n/500 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -oldattérfigatok átlagértéke, ml-ben; v_k = a főkísérletek titrlásánál fogyasztott, korrigált mérőoldattérfigat ml-ben; f = a n/500 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -oldat napi faktora; 34 = 1 ml pontosan n/500 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -oldattal egyenértékű $\text{NH}_3 \mu\text{g}$.

0,5 g/200 ml dohány-kivonási arány esetében és 2 ml oldattérfigatot kivéve $\pm 1 \mu\text{g}$ NH_3 -mennyiségbeli eltérés megfelel $\pm 0,02\%$ NH_3 -tartalom-különbségnek. Ezek alapján a végeredményben nyert NH_3 -%-értékek az eddigi eljáráshoz hasonló pontossággal adhatók meg, 2 tizedesjeggyel, ahol a bizonytalanság a 2. tizedesjegyen legrosszabb esetben kb. ± 2 –3 egység.

Kísérleti rész

Az általunk használt mikrodifúziós edényzetet először tiszta ammóniamennyiségek visszanyerésének vizsgálatával ellenőriztük [8]. Azt találtuk, hogy kb. 10—250 μg NH_3 -határok között a visszanyerés hatásfoka 18 órás diffúziós idő esetén (rosszabb desztillációs körülmények, mint az eredeti edényzetben!) 94—102% volt, a 6—9-szeres ismétlésű sorozatok középértékének közepes hibája pedig a vakpróbákat is figyelembe véve 0,4—2 μg . A nagyobb ammóniamennyiségeknél az abszorbens borsavoldat volt [1], és az elnyelt ammóniát közvetlenül, ismert töménységű HCl -oldattal titráltuk. Modellkísérletek történtek ammónia-nikotin kombinációkkal is, nagy nikotinfőlösleg jelenlétében. A nikotin mérhető tenziója miatt 18 órás diffúzió után már meghamisította az eredményeket. Viszont remélhető volt olyan időtartam kiválasztása, amikor a teljes ammóniamennyiség átdiffundál, viszont a nikotin még nem okoz mérhető hibát.

Kísérletek dohánykivonatokkal

A dohánykivonatokban nikotinon kívül más számottevő zavaró anyag nincs jelen, de a kivonat egyéb anyagai befolyásolhatják a diffundáló anyagok tenzióit, s így a diffúzió időtartamát.

A szokásos gyakorlat szerint nyert, 0,5%-os ecetsavas dohánykivonatokhoz adtunk ismert mennyiségű ammóniát és a visszanyerést vizsgáltuk. A kivonatok azonban már egymagukban is ammóniatartalmúak. Ennek az ammóniamennyiségnek körülményes meghatározása helyett célszerűbbnek látszott szelektíve ammóniamentesíteni az oldatokat. Ez úgy történt, hogy a kivonat megfelelő mennyiségét az edényzetbe mérve, lúgosítottunk, a tálacskába pedig savat töltve, lefedve egy éjszakán át állni hagytuk. Előkísérleteink szerint ezalatt a kivonatok saját NH_3 -tartalma teljesen eltávozott, a nikotin pedig legfeljebb 20—25%-ában, amit töményebb kivonat készítésével kompenzáltunk. Végeredményben az ismert ammóniamennyiségek bemérése előtt szelektíve NH_3 -mentesített kivonataink voltak.

A kivonatokkal ki kellett keresni a megfelelő diffúziós időtartamot. Pl. egyik esetben a kivonathoz adagolt 5,3 μg NH_3 -mennyiség különféle idejű diffúzió alatt a nikotin zavaró hatása miatt következő mértékben volt visszanyerhető (a teljes titrálási értéket NH_3 -ra számítva):

4 óra	6 óra	18 óra
3,2 μg	5,0 μg	8,0 μg

Azt találtuk, hogy az általunk alkalmazott 7 cm-es Petri-csészékben, 3 ml desztilláló térfogattal, üvegállványra helyezett betétedényes kivitelben, szobahőfokon (20—25 $^{\circ}\text{C}$), 6 órai diffúzió után a beadagolt ammóniamennyiségek kellő pontossággal visszanyerhetők.

Mérési sorozatainkat két, meglehetősen magas nikotintartalmú Hevesi-dohány-mintával, a nitrogénvegyületekben dús Szumátra Deli szivaranyaggal és egy különlegesen magas nikotintartalmú mahorkafajtával végeztük. Az előbb említett szelektív ammóniamentesítés után hozzáadagolt ammóniamennyiségek olyan körülményeknek feleltek meg, mintha kb. 0,1—0,4—1,0% NH_3 -tartalmú dohányokból készítettük volna a kivonatokot, 0,5 g/200 ml hígítással. Ezek a leggyakrabban előforduló NH_3 -határok. 6 óra után acidimetriásan mértünk. Elnyelőfolyadék ezeknél a kísérleteknél a két kisebb méréshatárnál 1,5 ml n/1000 HCl , a legnagyobb NH_3 -mennyiségnél 1,7 ml n/500 HCl volt, a mérőoldat minden esetben n/500 $\text{Ba}(\text{OH})_2$. Össztérfogat: 3 ml (1 ml kivonat, 1 ml NH_3 -tartalmú oldat, 1 ml K_2CO_3 -oldat).

1. táblázat

Ammónia visszanyerése dohánykivonatokban

(1) Dohányminta (Nikotin %)	(2) Kísér- letek száma	(3) Bevitt NH ₃ µg	(4) Talált NH ₃ középértéke		(5) Egyes mérés közép- hibája µg	(6) Középérték középphibája	
			µg	%		µg	%
Hevesi, mester- séges szárítású (2,94%)	9	5,3	5,0	94	0,3	0,1	2,0
	9	21,5	21,7	101	0,5	0,2	0,9
	9	54,0	54,3	101	0,6	0,4	0,7
Hevesi, gyors szárítású (4,40%)	8	5,3	4,8	91	0,3	0,1	2,1
	9	21,4	22,0	103	0,4	0,2	0,9
	9	54,0	54,3	101	0,3	0,2	0,4
Mahorka 2/3 (6,29%)	9	5,3	5,5	104	0,9	0,4	7,3
	9	21,4	20,2	94	0,5	0,3	1,5
	9	54,0	54,2	100	1,4	0,9	1,7
Szumátra Deli (2,22%)	9	5,3	6,3	119	0,7	0,3	4,8
	7	21,4	20,9	98	0,4	0,2	1,0
	9	54,0	54,2	100	0,6	0,4	0,7

2. táblázat

Ammóniameghatározási módszerek összehasonlítása

(1) Dohányminta	(2) Vákuum- desztillációs NH ₃ -%	(3) Mikro- diffúziós NH ₃ -%
Hevesi, gyors szárítású ...	0,14	0,22
Hevesi, gyors szárítású ...	0,32	0,30
Szabolcsi, természetes szárí- tású	0,21	0,17
Szabolcsi, természetes szárí- tású	0,19	0,18
Hevesi, mesterséges szárítású, kamrafermentált	0,25	0,24
Dúsított Szumátra*	0,55	0,61
Dúsított Szumátra*	0,83	0,90
5 éves terv, E ₁	0,29	0,19
5 éves terv, E ₂	0,29	0,22
5 éves terv, P ₁	0,16	0,18
5 éves terv, P ₂	0,17	0,17
5 éves terv, L ₁	0,19	0,21
5 éves terv, L ₂	0,20	0,22
5 éves terv, S ₁	0,27	0,22
5 éves terv, S ₂	0,26	0,20
Kossuth, D ₁	0,32	0,20
Kossuth, D ₂	0,33	0,37

* Szumátra-dohány kivonata, NH₃-val dúsítva

A négyféle dohánnyal és háromféle ammóniamennyiséggel végzett sorozatok eredményeit az 1. táblázat mutatja. A visszanyerés hatásfoka és a reprodukálhatóság kielégítő. 1 µg NH₃-eltérés megfelel az elemzési eredményben legfeljebb 0,02% NH₃-eltérésnek. Láthatóan a mikrodiffúziós eljárás nem pontatlanabb az eddig használt makro-eljárásnál.

Az eddigi és az új eljárás összehasonlítása

Összehasonlítottuk az eddig használt, vákuumdesztillációs eljárás értékeit ugyanabból a kivonatból végzett mikrodiffúziós adatokkal, abból a szempontból, hogy különösebb zökkenő nélkül áttérhetünk-e az új módszerre, ill. hogy az eddigi elemzési adatok felhasználhatók-e. Az eredményeket a dohánymintára vonatkoztatott NH₃-%-ban fejeztük ki. A szivarkák ammóniatartalmának vákuumdesztillációs meghatározását a Dohánygyártó Iparági Laboratórium végezte el. A vizs-

gált NH_3 -%-határok a gyakorlatban leginkább előfordulók. Az eredmények a 2. táblázatban láthatók.

Vizsgálataink alapján a mikrodiffúziós értékek a valódi NH_3 -tartalmat képviselik (1. táblázat). A vákuumdesztillációs eljárásnál adódó magasabb értékek részben a nikotin átdesztillálásából, részben termikus szekunder NH_3 -képződésből (pl. karbonsavamidok bomlása) adódhatnak, a kelleténél kisebb értékek talán a desztilláció elhúzóódásából, nem kvantitatív lefolyásából. Mindenesetre a kétféle módszerrel nyert értékek között nagyságrendi eltérés nincsen, az esetek nagyobb részében csak a 2. tizedesjegyben van különbség. Így zökkenő nélkül át lehet térni az új eljárásra.

Köszönettel tartozom volt munkatársamnak, Stankovics Lajosnak, lelkes munkájáért, a Dohánygyártó Iparági Laboratóriumnak az említett elemzések elvégzéséért és az adatok rendelkezésre bocsátásáért, valamint a Műszaki Egyetem Mezőgazdasági Kémiai Technológiai Intézetének az üvegfelszerelés vonalán nyújtott segítségért.

Összefoglalás

Sikerült a Conway-féle mikrodiffúziós módszert dohánykivonatok ammónia-tartalmának meghatározására alkalmazni, az eredeti edényzet helyett kb. 7 cm átmérőjű, betéttel ellátott Petri-csészékkel, 3 ml desztillációs osztérfogattal, szobahőmérsékleten, 6 órás diffúzióval dolgozva. A módszer reprodukálhatósága kielégítő, a hibahatár az NH_3 -% értékben a 2. tizedesjegyben $\pm 2-3$ egység. A kísérletekben az ammónia visszanyerésének határfoka megfelelő volt, s a régi eljárással azonos nagyságrendű értékekhez vezetett.

A munkanap reggelén indított mérések még aznap kiértékelhetők. Az ammónia-desztillációra és a titrálásra fordított munkaidő az eddiginek kb. 1/3-a, üvegedényzete egyszerűbb és olcsóbb, vegyszer- és energiaigénye kisebb.

Érkezett: 1957. január 31.

Irodalom

- [1] Conway, E. J.: Microdiffusion Analysis and Volumetric Error. Crosby Lockwood & Son. London. 1950.
- [2] Erdey, L.: Bevezetés a kémiai analízisbe. II. r. Tankönyvkiadó. Budapest. 1955.
- [3] Klein, G.: Handbuch der Pflanzenanalyse. Bd. 2. Springer. Wien. 1932.
- [4] Kollhoff, I. M. & Stenger, V. A.: Ob'emnűj analiz. Tom II. Goszhimizdat. Moszkva—Leninigrád. 1952.
- [5] Perlusz, T. & Molnár, J.: Dohánykémiai gyakorlatok I. Élelmiszeripari Kiadó. Budapest. 1952.
- [6] Smuk, A. A.: Himija tabaka i mahorki. Piscsepromizdat, Moszkva. 1948.
- [7] Tolnay, P.: A mikrodiffúziós technika alkalmazása a kémiai analízisben. Mérnöki Továbbképző Intézet 3265. sz. kiadványa. Felsőokt. Jegyzetell. V. Budapest. 1955.
- [8] Tolnay, P.: Előadás a MTA II. Vegyészkonferenciáján, 1955. nov. 19.
- [9] A Dohánykutató Intézet 05043—4/a. sz. dokumentációja. 1954.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АММОНИЯ В ВЫТЯЖКЕ ТАБАКА ПРИ ПОМОЩИ МИКРОДИФФУЗИОННОЙ ТЕХНИКИ

П. Толнай

Научно-Исследовательский Институт Табака, Будапешт (Венгрия)

Резюме

Для определения содержания аммония в вытяжке табака использовали микро-диффузионный метод Conway (I), применив чашки Петри диаметром 7 см (рис. 2). Определение проводили при комнатной температуре, диффузия продолжалась в течение 6 часов, после чего применяли ацидиметрическое титрование. Время, затраченное на

дестилляцию аммония и на титрование при микродиффузионном методе, составляет только $\frac{1}{3}$ часть того времени, которое необходимо при вакуумдестилляционном методе. Кроме этого потребность в стеклянной посуде меньше и дешевле, требуются меньше химикатов и энергий. Возможная ошибка при данном методе не выше, чем при принятых до сих пор макрометодах.

В контрольных определениях, проводимых сульфатом аммония, в дозе 10—250 $\mu\text{г}$. содержания аммония получалось 94—102% от исходного его количества, средняя ошибка средних величин составляла 0,4—2 $\mu\text{г}$.

В опытах, проводимых с вытяжками табака, содержащими известное количество аммония, обычно в пределах 5—50 $\mu\text{г}$. и избытки никотина, определили 91—104% аммония от исходного его количества, средняя ошибка средних величин составляла 0,1—0,9 $\mu\text{г}$.

При сравнении принятого в практике вакуумдестилляционного и микродиффузионного метода установили, что нет значительной разницы между показателями, по содержанию аммония полученными с этими методами, отклонение имеется обычно только в втором знаке после запятой.

Табл. 1. (1) Сорт табака (% никотина). (2) Число опытов. (3) Использованный NH_3 $\mu\text{г}$. (4) Средняя величина найденного NH_3 $\mu\text{г}$. и % найденного аммония. (5) Средняя ошибка отдельных измерений $\mu\text{г}$. (6) Средняя ошибка средних величин $\mu\text{г}$. и % средней ошибки.

Табл. 2. (1) Сорт табака. (2) % NH_3 найденный методом вакуумдестилляции. (3) % NH_3 найденный методом микродиффузии.

Die Bestimmung des Ammoniakgehaltes von Tabakextrakten mittels der Mikrodiffusionsmethode

P. TOLNAY

Institut für Tabakforschung, Budapest (Ungarn)

Zusammenfassung

Die Conway'sche Mikrodiffusionsmethode [1] wurde zur Bestimmung des Ammoniakgehaltes von Tabakextrakten angewendet, mittels Petri-Schalen von ca. 7 cm Durchmesser (Abb. 2.), mit Einsatz-Schalen, bei Zimmertemperatur, mit einer Diffusionszeit von 6 Stunden, und nachher einer acidimetrischen Titration. Durch die Mikrodiffusionsmethode konnte man den Arbeitszeitaufwand für die Ammoniakdestillation, bzw. Titration gegenüber der bisher angewendeten Vakuumdestillationsmethode auf ein Drittel verringern; die benötigte Glasapparatur ist einfacher und billiger, und auch der Chemikalien- und Energieaufwand ist kleiner. Der Fehler der Methode ist nicht grösser, als der der bisher benützten Makromethode.

In unseren Modellversuchen mit Ammonsulfat p. a. betrug die Rückgewinnung der Ammoniakmengen zwischen 10 und 250 μg 94—102%, der mittlere Fehler des Mittelwertes schwankte zwischen 0,4—2,0 μg .

In den bekannten Mengen von Ammoniak und einen grossen Überfluss an Nikotin enthaltenden Tabakextrakten durchgeführten Versuchen beträgt die Rückgewinnung der der Praxis entsprechenden ca. 5—50 μg Ammoniakmengen 91—104%. Der mittlere Fehler des Mittelwertes schwankte in diesem Falle innerhalb der Grenzen: 0,1—0,9 μg .

Bei dem Vergleich der Mikrodiffusionsmethode mit der bisher benützten Vakuumdestillationsmethode fanden wir, dass kein grössenordnungsmässiger Unterschied zwischen den mittels der zwei Methoden gewonnenen Messzahlen besteht, ferner, dass eine Differenz meistens nur in der zweiten Dezimalstelle der prozentualen Ammoniakwerte vorkommt.

Tabelle 1. (1) Tabaksorte (Nikotingehalt %). (2) Zahl der Versuche. (3) Eingewogene Ammoniakmenge μg . (4) Mittelwert der gefundenen Ammoniakmengen μg und in %. (5) Mittlere Abweichung der einzelnen Messungen μg . (6) Mittlere Abweichung des Mittelwertes μg , und prozentualer Wert.

Tabelle 2. (1) Tabak- bzw. Zigarettensorte. (2) Der mit der Vakuumdestillationsmethode gefundene Ammoniakgehalt, %. (3) Der mit der Mikrodiffusionsmethode gefundene Ammoniakgehalt, %.